

⑩日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

⑫公開特許公報(A)

平2-122259

⑬Int.Cl.<sup>6</sup>

G 01 N 27/62  
30/72

識別記号

府内整理番号

X 6860-2G  
G 7621-2G

⑭公開 平成2年(1990)5月9日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮発明の名称 LC-MS結合用インターフェース

⑯特願 昭63-277079

⑰出願 昭63(1988)10月31日

⑲発明者 和氣 弘明 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所三條工場内

⑳出願人 株式会社島津製作所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

㉑代理人 弁理士 県 浩介

明細書

1. 発明の名称

LC-MS結合用インターフェース

2. 特許請求の範囲

一面を透明材料とし、対向面を液体は通さず気体は透過させる素材膜とした管状のイオン化セルを、上記気体透過膜側をイオン引出し電極に向けて質量分析装置のイオン化室内に配置し、且つ同セルを液体クロマトグラフのカラムに接続し、同セル内に上記透明材料側からレーザ光を聚焦せるようにしたことを特徴とするLC-MS結合用インターフェース。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、液体クロマトグラフ(LC)から流出された溶出物をイオン化して質量分析装置(MS)に導入するインターフェースに関する。

(従来の技術)

液体クロマトグラフ(LC)と質量分析装置(MS)を結合して分析を行うためのインターフェ

イスとしては、LCが大気圧で作動せしめられるのに対し、MSの作動には真空状態が必要であることから特別な機能が要求される。即ち、大気圧下にある溶媒に溶けた試料成分をイオン化して、真空状態にある質量分析装置に内に導かなければならぬ。このような要求を充足させるインターフェイスとしては移動ベルト法とか直接導入法と云った方式の開発がなされてきた。移動ベルト法では、エンドレスループで回転しているステンレスまたは耐熱性樹脂フィルムのベルトの上に、LCからの溶出液を連続的に付着・乾燥させ、このベルトを真空隔壁のスリットを通して、MSのイオン化室(EI又はCI)まで導き、ベルト上の溶出成分を加熱気化させる方がとられているが、この方法は、MSの真空状態の維持は容易であるが、試料を加熱気化させるので、熱分解し易い試料や、難揮発性試料では、試料の気化が難しく、用いられる試料が限定されると言う問題点がある。直接液体導入法においても、大気圧イオン化導入法、サーモスプレーイオン化導入法、真空噴

導導入法等色々な型が提案されているが、各方法とも夫々問題点があり、共通してインターフェイスの装置構成が甚だ複雑であって、現在においても、諸条件を完全に満足するインターフェイスは開発されていない。また上述した各方式は何れも LC 流出試料を全量 MS 導入用に消費しているが、実際有効に MS に導入される試料の量はわずかであり、試料の大部分は無駄に捨てられている。

#### (発明が解決しようとする課題)

本発明は、試料のイオン化が容易で、MS にとって必要量だけのイオン化ガスを取りだせ、残余の試料成分回収可能なインターフェースを提供することを目的とする。

#### (課題を解決するための手段)

LC - MS 結合用インターフェースにおいて、一面を透明材料とし、対向面を液体は通さず気体は透過させる素材膜とした管状のイオン化セルを、上記気体透過膜側をイオン引出し電極に向けて質量分析装置のイオン化室内に配置し、且つ同セ

- 3 -

上述した構成により、ベルトとか噴射装置、加熱装置等の大きな構造部分を必要とせず、構造が簡単小型化で安価な装置で、試料溶液をイオン・ガス化して、且つ、イオン化ガスを効果的に選別じて MS に導くことが可能となり、また、MS に導かれなかったカラム流出液はイオン化セル内を流出通過するので、他の分析成は用途にそのまま送れるので、LC - MS における試料の利用効率も向上する。

#### (実施例)

第1図に本発明の一実施例を示す。第1図において、1はMSのイオン化室で図の下方に質量分析部及びイオン検出部が統いている。イオン化室1と質量分析部との間に質量分析部の真空度を維持するための差動排気壁4とイオンビームの形成のためのイオンレンズ系5が配置されている。差動排気壁4はイオン化室1に向かって突出した円錐形で先端に小孔を有する形の隔壁を同軸上に配列したもので、上記各差動排気壁4の各壁との間および質量分析部は夫々排気系(不図示)に接続

- 5 -

ルを液体クロマトグラフのカラムに接続し、同セル内に上記透明材料側からレーザ光を集光させるようにした。

#### (作用)

本発明は、LC カラムから流出してくる試料をガスイオン化する方法として、管状のイオン化セルをイオン化室内に配置し、このイオン化セルを通して試料溶液を流通させ、このイオン化セル内の試料溶液に外部からレーザー光を照射するだけで、略選択性に試料イオンだけを MS に導入しようとするものである。イオン化セル内の試料溶液に外部からレーザー光を照射できるようにするのに、イオン化セルの片面を透明材質で構成し、略選択性に試料イオンだけをイオン化セルから MS に導入するために、イオン化セルの MS 間を液体は透過させず気体は透過させる気体透過素材で構成し、且つ、イオン化室のイオン引出し電極をイオン化セルの上記気体透過素材に対向させ、イオン化セル内でイオン化されたイオン化ガスを MS 側に効果的に吸引させている。

- 4 -

されており、イオン化室 I は大気圧である。差動排気壁 4 により質量分析部の高真空中との間の圧力勾配を支える構造になっている。I はイオン化室 I の後方(図では上方)に配置されたレーザー光源である。

1 は LC ポンプでキャリア流体を LC カラム 2 に送り出す。LC カラム 2 は試料を分離する。3 は第2図に示すように片面が透明素材 3 T で片面が気体を透過するが液体は透過しない気体透過素材 3 G で形成された管状のイオン化セルで、レーザー照射装置に透明素材 3 T 側を向け、MS 側に気体透過素材 3 G を向けてイオン化室内に配置され、LC カラム 2 に接続されて、カラム 2 流出液が流通するようにしてある。レーザー光源からのレーザー光 R はレンズ 2 により、イオン化室 I の後面透過窓およびイオンセルの透明部を透過して、イオン化セル 3 内に集光せしめられる。イオン化セル 3 内を流通している流体は、上記したレーザー光の集光点で非常に高温になり、溶媒も試料成分も気化し、試料成分は熱的励起によりイオン

- 6 -

化されているが、高温部はレーザー光の集光点の周囲の微小領域に限られおり、かつ、液が流れているので、レーザー光集光点で発生した蒸気は周囲の液に冷やされ直ちに溶液に戻り、レーザー集光点周囲の微小領域にガス状部が形成されるだけで、イオン化セル内全体が沸騰するようなことは起こらない。イオン化室1全体に対し、イオン化セル3に対向している差動排気壁4はイオン引出しのため負電位(マイナスイオンを引出す場合)が印加してあるので、差動排気壁4のうちイオン化セルに直接対向している4-1がイオン引出し電極となり、同電極の先端が突出してイオン化セルに近接しているので、イオン化セルを含む、その先端近傍には強電界が形成されていて、上述したレーザー光集光点のガス領域内で熱励起によりイオン化された試料成分はこの電界に引かれて液中を拡散し、液体透過素材3-Tを透過してイオン化室内に引出される。イオン化室内に引出されたイオンは第1電極4-1により加速されて質量分析部に送られる。

-7-

## 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例の構成図、第2図はイオン化セルの側断面図である。

1…LCポンプ、2…LCカラム、3…イオン化セル、4…差動排気壁、5…イオンレンズ系、R…レーザー光。

代理人 弁理士 縹 浩 介

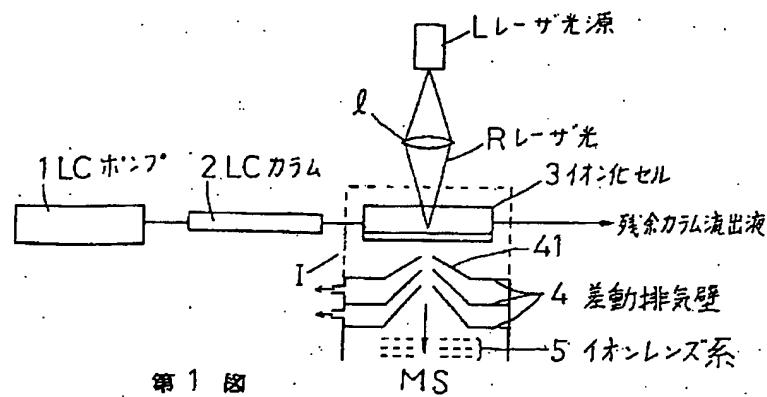
イオン化セル3内を流通するカラム流出液体中イオン化されて質量分析部に送られるのは全体の一部であり、大部分のカラム流出液はイオン化セル3を通過し、後の利用のため分取され或は他の分析装置に送られる。

イオン化セル3は、レーザ照射側面を透明材質で、MS側面を液体は透過不能で気体は透過可能な液体透過素材例ええばエントラント(東レ)で形成されている。

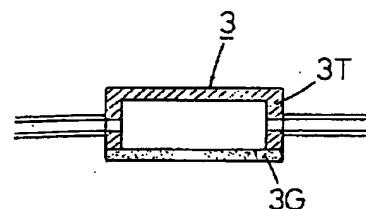
## &lt;発明の効果&gt;

本発明によれば、試料溶液をイオン化室内に配置した管状のイオン化セルを通して流通させ、外部からレーザー光を照射するだけで、イオン化ガスをMSに導入でき、ベルトとか噴射装置、加热装置等の大きな構造部分を必要とせず、構造が簡単小型化できて安価であり、MSに必要なイオンを抽出した残りのカラム流出液はイオン化セルを通して、他の分析或は用途にそのまま送れるので、LC-MSにおける試料の利用効率も向上する。

-8-



第1図



第2図